

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-294429

(43)Date of publication of application : 23.10.2001

(51)Int.Cl.

C03B 8/04  
C03B 37/018

(21)Application number : 2000-104609

(71)Applicant : SHIN ETSU CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 06.04.2000

(72)Inventor : OTSUSAKA TETSUYA  
MACHIDA HIROSHI  
TSUMURA HIROSHI  
SHIMADA TADAKATSU  
HIRASAWA HIDEO

## (54) METHOD FOR MANUFACTURING POROUS GLASS PREFORM AND APPARATUS THEREFOR

### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for manufacturing a porous glass preform having high adhesion efficiency of glass particulates by setting the optimum conditions for the flow rate of the gas to be passed to a concentric multitube burner and an apparatus therefor.

SOLUTION: In manufacturing the porous glass preform by depositing the glass particulates formed by a flame hydrolysis reaction by using the concentric multitube burner on a target rod, the porous glass preform is manufactured in such a manner that the Reynolds number  $Re$  of a flow passage in which the glass particulate raw material and its carrier gas flow satisfies the following equation  $Re < (0.4 - aD_s - b) / (cD_s + d)$ , where when a target diameter  $D_s$  [mm]  $< 130$ ;  $a = 0.00368$ ,  $b = 0.369$ ,  $c = -5.02 \times 10^{-8}$ ,  $d = -2.14 \times 10^{-5}$ , and when the target diameter  $D_s$  [mm]  $\geq 130$ ;  $a = 0.000188$ ,  $b = 0.613$ ,  $c = -5.02 \times 10^{-8}$ ,  $d = -2.14 \times 10^{-5}$ .

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

19.04.2006

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号  
特開2001-294429  
(P2001-294429A)

(43)公開日 平成13年10月23日(2001.10.23)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	ターゲット*(参考)
C 0 3 B 8/04 37/018		C 0 3 B 8/04 37/018	G 4 G 0 1 4 C 4 G 0 2 1

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 5 頁)

(21)出願番号 特願2000-104609(P2000-104609)

(22)出願日 平成12年4月6日(2000.4.6)

(71)出願人 000002060

信越化学工業株式会社  
東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72)発明者 乙坂 哲也

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内

(72)発明者 町田 浩史

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内

(74)代理人 100062823

弁理士 山本 亮一 (外3名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 多孔質ガラス母材の製造方法及びその装置

(57)【要約】

【課題】 同心多重管バーナに流すガス流量の最適条件を設定して、ガラス微粒子の付着効率の高い多孔質ガラス母材の製造方法及びその装置を提供する。

【解決手段】 同心多重管バーナを用いて火炎加水分解反応により生成したガラス微粒子を、ターゲット棒に堆積させて多孔質ガラス母材を製造するに際し、ガラス微粒子原料とこの搬送ガスが流れる流路のレイノルズ数  $Re$  が、次式

$$Re < (0.4 - aDs - b) / (cDs + d)$$

ただし、ターゲット径  $Ds$  [mm] < 130 のとき；

$$a = 0.00368, b = 0.369, c = -5.02 \times 10^{-8}, d = -2.14 \times 10^{-5}$$

ターゲット径  $Ds$  [mm]  $\geq 130$  のとき；

$$a = 0.00188, b = 0.613, c = -5.02 \times 10^{-8}, d = -2.14 \times 10^{-5}$$

を満たすようにして製造することを特徴としている。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 同心多重管バーナを用いて火炎加水分解反応により生成したガラス微粒子を、ターゲット棒に堆積させて多孔質ガラス母材を製造するに際し、ガラス微粒子原料とこの搬送ガスが流れる流路のレイノルズ数  $Re$  が、次式

$$Re < (0.4 - aDs - b) / (cDs + d)$$

ただし、ターゲット径  $Ds$  [mm] < 130 のとき；

$$a = 0.00368, \quad b = 0.369, \quad c = -5.02 \times 10^{-8}, \quad d = -2.14 \times 10^{-5}$$

ターゲット径  $Ds$  [mm]  $\geq 130$  のとき；

$$a = 0.00188, \quad b = 0.613, \quad c = -5.02 \times 10^{-8}, \quad d = -2.14 \times 10^{-5}$$

を満たすようにして製造することを特徴とする多孔質ガラス母材の製造方法。

【請求項2】 同心多重管バーナを用いて火炎加水分解反応により生成したガラス微粒子を、ターゲット棒に堆積させて多孔質ガラス母材を製造する装置において、少なくともガラス微粒子堆積体の外径測定装置と、同心多重管バーナのガラス微粒子原料とこの搬送ガスを流す流路の流量制御装置とを有し、外径測定装置の測定値（ターゲット径  $Ds$  [mm]）にもとづき該流路のレイノルズ数  $Re$  を制御するため、流量制御信号を流量制御装置に伝える制御装置を備え、該制御装置はレイノルズ数  $Re$  が、次式

$$Re < (0.4 - aDs - b) / (cDs + d)$$

ただし、 $Ds$  [mm] < 130 のとき；

$$a = 0.00368, \quad b = 0.369, \quad c = -5.02 \times 10^{-8}, \quad d = -2.14 \times 10^{-5}$$

$Ds$  [mm]  $\geq 130$  のとき；

$$a = 0.00188, \quad b = 0.613, \quad c = -5.02 \times 10^{-8}, \quad d = -2.14 \times 10^{-5}$$

を満たすようにプログラムされていることを特徴とする多孔質ガラス母材の製造装置。

【請求項3】 前記外径測定装置において、外径測定手段がCCDカメラ及び画像処理装置からなる請求項2に記載の多孔質ガラス母材の製造装置。

【請求項4】 前記外径測定装置において、外径測定手段がレーザー測距計である請求項2に記載の多孔質ガラス母材の製造装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、火炎加水分解法により生成したガラス微粒子を堆積させて多孔質ガラス母材を製造する方法、特に、高純度石英ガラスや光ファイバ用ガラス母材として好適な多孔質ガラス母材の製造方法及びその装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】高純度石英ガラスや光ファイバ用ガラス母材を製造する方法として、火炎加水分解法により生成

したガラス微粒子を回転するターゲット棒に堆積させて多孔質ガラス母材を合成し、これを約1500℃のHe雰囲気中で透明・ガラス化する方法がある。火炎加水分解法でガラス微粒子を合成するには、例えば、同心多重管バーナを用いて行なう方法がある。

【0003】図1に、多孔質ガラス母材の合成に使用される同心多重管バーナの例を示す。一般的には、同心多重管バーナ1の各同心管に、ガラス微粒子原料および搬送ガス、燃料ガス、バーナ先端の焼き付き（ガラス微粒子の付着現象）を防止するシールガス、助燃ガスをそれぞれ流して燃焼させる。燃料ガスとしては水素ガスが用いられることが多い。同心多重管バーナ1の最外周管には、水素ガスを流すと火炎が広がってしまうため、助燃ガスである酸素ガスを流すことが多い。また、バーナカバー2は、生成した火炎が気流で乱されたり、方向が変わることがないように、火炎のガイドの役割を担っている。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】火炎加水分解反応により生成したガラス微粒子が、回転するターゲット棒に堆積してガラス微粒子堆積体を形成するとき、付着したガラス微粒子は熱泳動という現象により、堆積面へ泳動して堆積されていくが、生成した全てのガラス微粒子が付着するわけではない。このときの付着効率は、ターゲット棒の回転数、バーナとターゲット棒との相対速度および距離、バーナ構造、バーナに流すガス流量等に依存する。特に、ガス流量の影響が大きく、この最適条件を見出すことは非常に重要である。なお、付着効率は、使用した原料の量に対する得られたガラス微粒子堆積量から求められる。ガラス微粒子の付着効率を増すことにより、多孔質ガラス母材の生産性を著しく向上させることができるため、付着効率を高めることは極めて重要である。

【0005】本発明は、上記事情に鑑みてなされたものであり、同心多重管バーナに流すガス流量の最適条件を設定して、ガラス微粒子の付着効率の高い多孔質ガラス母材の製造方法及びその装置を提供することを目的としている。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明の多孔質ガラス母材の製造方法は、同心多重管バーナを用いて火炎加水分解反応により生成したガラス微粒子を、ターゲット棒に堆積させて多孔質ガラス母材を製造するに際し、ガラス微粒子原料とこの搬送ガスが流れる流路のレイノルズ数  $Re$  が、次式

$$Re < (0.4 - aDs - b) / (cDs + d)$$

ただし、ターゲット径  $Ds$  [mm] < 130 のとき；

$$a = 0.00368, \quad b = 0.369, \quad c = -5.02 \times 10^{-8}, \quad d = -2.14 \times 10^{-5}$$

ターゲット径  $Ds$  [mm]  $\geq 130$  のとき；

$a=0.00188$ ,  $b=0.613$ ,  $c=-5.02 \times 10^{-8}$ ,  $d=-2.14 \times 10^{-5}$

を満たすようにして製造することを特徴としている。

【0007】本発明の多孔質ガラス母材の製造装置は、同心多重管バーナを用いて火炎加水分解反応により生成したガラス微粒子を、ターゲット棒に堆積させて多孔質ガラス母材を製造する装置において、少なくともガラス微粒子堆積体の外径測定装置と、同心多重管バーナのガラス微粒子原料とこの搬送ガスを流す流路の流量制御装置とを有し、外径測定装置の測定値、すなわちターゲット棒の径  $D_s$  [mm] にもとづき該流路のレイノルズ数  $Re$  を制御するため、流量制御信号を流量制御装置に伝える制御装置を備え、該制御装置はレイノルズ数  $Re$  が、上記の式を満たすようにプログラムされている。なお、外径測定装置は、この外径測定手段として CCD カメラと画像処理装置、あるいはレーザー測距計を備えたものを用いることができる。

#### 【0008】

【発明の実施の形態】本発明者等は、火炎加水分解反応により生成したガラス微粒子を堆積させる際に、付着効率の良い堆積条件を見出して、同心多重管バーナに流すガス流量の最適条件に対応する原料流路の  $Re$  数を上記のように規定したものである。図2は、OVD法（外付け法）による多孔質ガラス母材製造の一例を示す概略説明図であり、多孔質ガラス母材3は、ターゲット棒4を回転させつつ、ターゲット棒4とガラス微粒子合成用の同心多重管バーナ1を相対的に移動させてガラス微粒子を堆積させることにより製造される。

【0009】この同心多重管バーナ1は石英製5重管構造を有し、バーナの中心流路（第1管）に、ガラス微粒子原料として  $SiCl_4$  を、搬送ガスとして  $O_2$  を流した。中心の第1管に隣接する第2管には  $Ar$  を、第2管の外側に隣接する第3管には  $H_2$  ガスを、順に、第4管には  $N_2$  を、第5管には  $O_2$  を流した。なお、第1管に流すガスは  $SiCl_4$  の凝縮を防ぐため、 $100^\circ C$  に加熱した。

【0010】第1管の  $SiCl_4$  および  $O_2$  流量を種々に変化させ、そのときのガラス微粒子堆積体（多孔質ガラス母材）への付着効率  $\eta$  と第1管のレイノルズ数  $Re$  の関係を、多孔質ガラス母材の径（ターゲット径） $D_s$  毎にプロットすると、図3に示す直線関係が得られ、この直線の傾きおよび切片（直線を左へ延長し、 $Re=0$  と交差する点の付着効率  $\eta$ ）の値を  $D_s$  毎にプロットすると、図4、図5に示す関係が得られた。

【0011】図4、図5の関係から、付着効率  $\eta$  が0.4以上となる範囲での  $Re$  と  $D_s$  [mm] に対して、次の関係式を得た。

$$Re < (0.4 - a D_s - b) / (c D_s + d)$$

ただし、 $D_s$  [mm]  $< 130$  のとき；

$$a=0.00368, b=0.369, c=-5.02 \times 10^{-8}, d=-2.14 \times 10^{-5}$$

$$14 \times 10^{-5}$$

$D_s$  [mm]  $\geq 130$  のとき；

$$a=0.00188, b=0.613, c=-5.02 \times 10^{-8}, d=-2.14 \times 10^{-5}$$

となる。

【0012】上記関係式から、ターゲット径  $D_s$  にもとづき、ガラス微粒子原料と搬送ガスを流す同心多重管バーナの中心流路のレイノルズ数  $Re$  を制御することで、火炎加水分解反応により生成したガラス微粒子を高い付着効率を維持して堆積することができる。具体的には、ガラス微粒子堆積体の成長にともない堆積体の径  $D_s$  が増すにつれ、そのときの径  $D_s$  に対応する  $Re$  値を上記関係式から求め、この  $Re$  値を満足するように流量制御を続けることで、ガラス微粒子を常に高い付着効率を維持して堆積することができる。これは製造装置に、堆積体の外径測定装置、原料流路のガス流量制御装置およびこれらを制御するため上記関係式をプログラムした制御装置を備えることで自動制御が可能となる。これにより、堆積中、高い付着効率を維持して堆積することができる、極めて高い生産性を実現した。

【0013】なお、搬送ガスを  $O_2$  から  $Ar$  に変化させた場合や、ガラス微粒子原料の流路内径を  $3\text{ mm } \phi \sim 8\text{ mm } \phi$  の間で変化させた場合にも、全く同様の結果を得ることができた。以上、OVD法を例に説明したが、本発明は、多重管バーナを用いて行なわれるVAD法などの他の火炎加水分解法による多孔質ガラス母材の製造にも適用することができる。

#### 【0014】

【実施例】（実施例1）製造装置に直径  $50\text{ mm } \phi$  の石英ガラス製ターゲット棒をセットし、OVD法により石英製5重管構造を有する同心多重管バーナを使用してガラス微粒子の堆積を行なった。同心多重管バーナには、バーナの中心流路である内径  $5\text{ mm } \phi$  の第1管に、ガラス微粒子原料として  $SiCl_4$  を、搬送ガスとして  $O_2$  を流した。第2管には  $Ar$  を、第3管には  $H_2$  ガスを、第4管には  $N_2$  を、第5管には  $O_2$  を流した。

【0015】ガラス微粒子の堆積中、レーザー測距計を用いた外径測定装置により堆積体の外径を定時的に測定し、ターゲット径  $D_s$  とレイノルズ数  $Re$  が上記関係式を満たすようにプログラムされた制御装置により、第1管のガス流量を求められたレイノルズ数  $Re$  となるように流量制御装置で制御して、外径  $350\text{ mm } \phi$ 、長さ  $2,000\text{ mm}$  の多孔質ガラス母材を製造した。これに要した時間は  $37\text{ hrs}$  であった。なお、堆積体の外径測定には、CCDカメラと画像処理装置を備えた外径測定装置を用いてもよい。堆積中、付着効率  $\eta$  は  $0.4$  以上を維持し、かつ  $\eta$  の平均値は  $0.70$  であった。なお、第1管の流量制御は、ガラス微粒子原料と搬送ガスを所定の比率で変化させることにより行なった。

#### 【0016】

【発明の効果】本発明によれば、ターゲット径 $D_s$ にもとづき、ガラス微粒子合成用バーナの原料流路のレイノルズ数 $Re$ を制御することにより、生成したガラス微粒子の付着効率を高く維持して堆積することができ、多孔質ガラス母材の生産性向上に大きく寄与した。

【図面の簡単な説明】

【図1】 多孔質ガラス母材の合成に使用される同心多重管バーナの例を示し、(a)は平面図、(b)概略縦断面図である。

【図2】 OVD法により多孔質ガラス母材製造の一例を示す概略説明図である。

【図3】 ガラス微粒子原料流路の $Re$ 数と付着効率 $\eta$

との関係を示すグラフである。

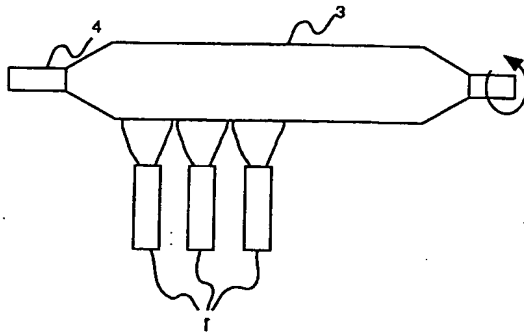
【図4】 図3の各直線の傾きを多孔質ガラス母材の径 $D_s$ 毎にプロットして得た、 $D_s$ と傾きの関係を示すグラフである。

【図5】 図3の各直線の切片を多孔質ガラス母材の径 $D_s$ 毎にプロットして得た、 $D_s$ と切片の関係を示すグラフである。

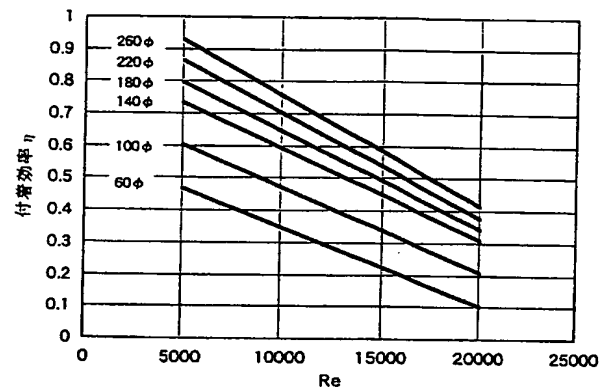
【符号の説明】

1. 同心多重管バーナ
2. バーナカバー
3. 多孔質ガラス母材（ガラス微粒子堆積体）
4. ターゲット棒

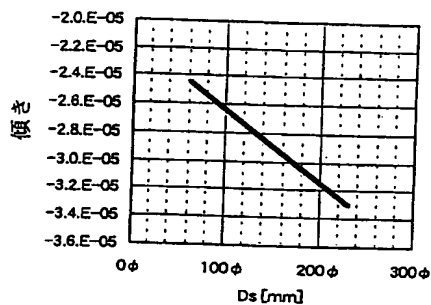
【図2】



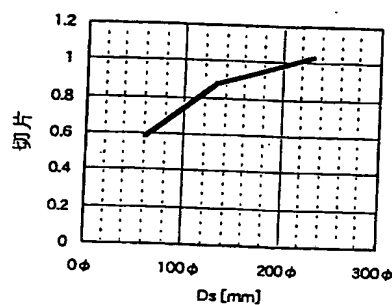
【図3】



【図4】

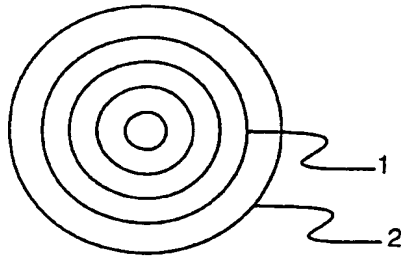


【図5】

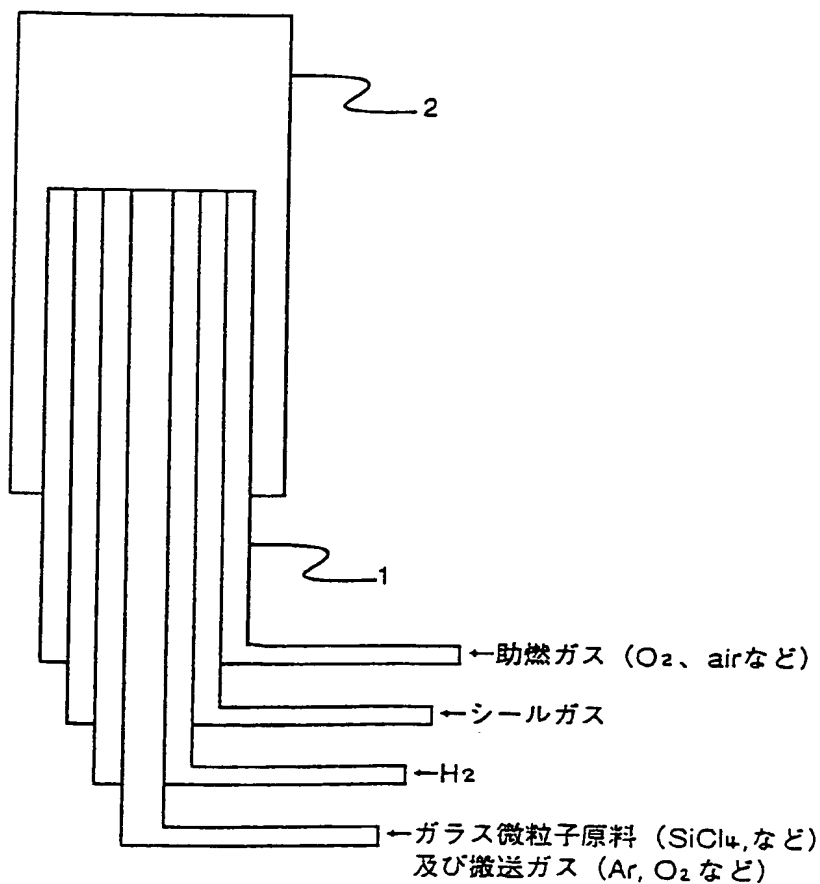


【図1】

(a)



(b)



フロントページの続き

(72)発明者 津村 寛  
群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化  
学工業株式会社精密機能材料研究所内

(72)発明者 島田 忠克  
群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化  
学工業株式会社精密機能材料研究所内

(72)発明者 平沢 秀夫  
群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化  
学工業株式会社精密機能材料研究所内

Fターム(参考) 4G014 AH12 AH16  
4G021 EA03 EB11 EB26